

DERWENT-ACC-NO: 1988-366111

DERWENT-WEEK: 198851

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Support structure for seed crystal  
for growing lithium tantalate - involves use of  
refractory cement contg. powdered crystalline lithium  
tantalate

PATENT-ASSIGNEE: TOSHIBA KK[TOKE]

PRIORITY-DATA: 1987JP-0084588 (April 8, 1987)

PATENT-FAMILY:

| PUB-NO        | PAGES | PUB-DATE          | MAIN-IPC |
|---------------|-------|-------------------|----------|
| JP 63277589 A |       | November 15, 1988 | N/A      |
| 003           | N/A   |                   |          |

APPLICATION-DATA:

| PUB-NO         | APPL-DESCRIPTOR | APPL-NO |
|----------------|-----------------|---------|
| JP 63277589A   | N/A             |         |
| 1987JP-0084588 | April 8, 1987   |         |

INT-CL (IPC): C30B015/32

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 63277589A

BASIC-ABSTRACT:

When fixing a terminal of a columnar seed crystal of LiTaO<sub>3</sub> to a cylindrical body of refractory material, a refractory cement contg. crystalline powder of crystalline LiTaO<sub>3</sub> is used for the fixing, to grow a LiTaO<sub>3</sub> single crystal.

ADVANTAGE - The temp. of fusion with the seed is reduced to provide a strong bond, enabling the support to withstand a load of large single crystal as heavy

as 30 kg.

In an example (1) is cylindrical support body (alumina) (2) is seed crystal (3) is refractory cement (4) are grooves. Pulverised crystals of LiTaO<sub>3</sub> was admixed in 0.5 - 20 wt.% to alumina cement, and mixed with water to obtain a toffy-like adhesive which was applied to the cylinder (1). Then the seed was inserted. When the seed was brought in contact with LiTaO<sub>3</sub> melt, the bond is establishing by sintering. The illustration includes three options of the fixing mode.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.1/2

DERWENT-CLASS: J04 L03

CPI-CODES: J04-A04; L02-A09;

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭63-277589

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和63年(1988)11月15日

C 30 B 15/32

8518-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 単結晶成長用種子結晶の支持構体

⑯ 特 願 昭62-84588

⑰ 出 願 昭62(1987)4月8日

⑱ 発 明 者 山 田 一 博 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地 株式会社東芝堀川町工場内

⑲ 発 明 者 松 村 禎 夫 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地 株式会社東芝堀川町工場内

⑳ 出 願 人 株 式 会 社 東 芝 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

㉑ 代 理 人 弁 理 士 井 上 一 男

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

単結晶成長用種子結晶の支持構体

## 2. 特許請求の範囲

柱状種子結晶端を耐火物製筒状体に取着するに当り、種子結晶と同種の結晶粉末を混入する耐火セメントによって固着することを特徴とする単結晶成長用種子結晶の支持構体。

## 3. 発明の詳細な説明

〔発明の目的〕

(産業上の利用分野)

本発明はLiTaO<sub>3</sub>単結晶成長用種子結晶の支持構体の改良に関するものである。

(従来技術)

高温の溶融体から単結晶を種子として引上げあるいは引下げ法などによって成長することが一般的に行われており、その種子結晶は支持棒に取りつけて引上げもしくは引下げが実施されており、この取り付け方法としては特公昭55-43430号公報及び特公昭60-54918号公報に示す技術が知られて

いる。

この前者ではLiTaO<sub>3</sub>単結晶を種子結晶として種子結晶支持棒にアルミナセメントによって固着する方法を採用しており、この前者といわれる先後順関係にあり、特許法第29条の2項が適用される後者にあつては筒状耐火棒内壁に設ける溝の部分に耐火セメントを配置することによって種子結晶を固着する方式を採用している。

このような耐火セメントを利用する固着方式は、  
イ.操作棒の一端に種子単結晶をチャックで固定する  
ロ.操作棒の一端に種子となる単結晶を高融点金属線を撚回固定する  
ハ.種子単結晶に形成する透孔に針金などを挿通して操作棒の一端に固定する  
ニ.種子結晶に適当な成型加工を施して特殊な形状の高融点金属製の種子結晶支持棒を作って、炉の中にはめこんで固定する等の手段より優れた効果を発揮する。

即ちイ.は1200~2000℃の耐熱性材料チャックは得難く、ハ.このように単結晶を加工、細工することは困難であり、又構造も複雑になって実用的で

ない。

Ⅱ.の場合は種子単結晶を強固にかつ確実に操作棒に設置するのが難かしいので、種子単結晶が引上げ工程時に動いて所望の結果が得られず、特に引上げ結晶が大口径となって重量が数kgになると困難である。

モリブデン線の場合は重量が大きくなっても耐えられるが、還元性雰囲気が必要となるために用途が大幅に限定され、例えば酸化物結晶では酸化性雰囲気又は大気中で製造することが多いので、酸化物単結晶の成長には適用が難かしい。

しかし、前述の耐火物セメントによって種子単結晶を固着した支持棒を利用して単結晶をチョクラルスキー法で引上ると、kgオーダーで良質な結晶を簡単に得られる利点を持っている。

(発明が解決しようとする問題点)

ところでタンタル酸リチウム単結晶をチョクラルスキー法によって形成するに当ってはRh坩堝にチャージする原料として、このタンタル酸リチウム粉末を使用する場合と、これを得る五酸化タン

タンの単結晶溶融液と種子結晶支持棒体間には耐火物セメントとの反応が発生しない程度の温度勾配が得られれば良いのであるが、極めて難しい状況にある。

と言うのは種子結晶をこの温度勾配が得られる程度に細長く形成することが極めて困難であり、タンタル酸リチウム単結晶に必要な溶融温度1650℃と、前述のアルミナセメントと種子結晶の反応開始温度である1550℃即ち100℃程度の温度勾配を達成し得ない事実をあげなければならない。

しかし、本発明者等は種子結晶を耐火物製支持棒に耐火性セメントで固着するのにこの種子結晶粉末を0.5～20重量%を添加すると、前述の反応を抑制可能となる知見を得、これを基にして本発明は完成したものである。

第2図は横軸にアルミナセメントへ添加するタンタル酸リチウムの重量%を、又縦軸には温度度を示し、この種子結晶を固着するアルミナセメント温度を示す。これから明らかなように、タンタル酸リチウムを0.5～20%添加した際には種子結

晶ならびに炭酸リチウムを適用する場合があり、前者の溶融温度は1650℃である。

この溶融物は耐火物支持棒にアルミナセメントで固定したタンタル酸リチウム種子結合によって均一な温度に維持した炉内で所定の速度で引上げて単結晶を形成するが、この種子結晶を固定するアルミナセメントは、この高温下でシンターして強固に固着することになるが、1550℃以上になると種子結晶とアルミナの反応が進行して結晶育成中に落下する事故が発生した。

本発明は上記難点を除去する新規な単結晶成長用種子結晶の支持構体を提供するものである。

(発明の構成)

(問題点を解決するための手段)

この目的を達成するのに本発明に係る単結晶成長用種子結晶の支持構体では、この種子結晶と同種の結晶粉末を混入した耐火物セメントで、この種子結晶を固着する方式を採用する。

(作 用)

チョクラルスキー法によって単結晶を製造する

品との反応が発生しないことをあらわしており、種子結晶との反応が発生するか否かの境目を①印に着目すると25wt%で非常に危険な状態を示しているが、20%では反応が起らないことを確かめている。

このように種子結晶に同種の材料を耐火物セメントに混入することによって使用限界温度を向上したものであり、従って30kg程度の単結晶の引上げも可能となった。(実施例)

第1図イ～ハには単結晶用種子結晶の支持構体の断面図を示しており、これはアルミナ等の耐火物製筒体1にアルミナセメントならびに種子結晶2と同種の粉末3を充填するが、この筒体1としては第1図ロに示すように筒体1の先端部分を切り落し、ここに種子結晶をアルミナセメントによって固着する方式や、第1図ハのように筒体の内壁に薄層4を形成し、ここに充填するアルミナセメントによって種子結晶を固着する方式も採用可能であるので、本発明では筒状体1と総称することとする。

この筒状体1に種子結晶を固着するには、アルミナセメントに種子結晶と同種の材料粉末を0.5～20wt%添加後水を加えて混練して水飴状にして、塗着する。一方、種子結晶2は筒状体1の軸に同軸となるように先端部を挿入し、これによって両者はほぼ一体となり強く押せば多少傾く程度の保持状態となるが、後述する溶融液を含む炉内で完全にシンターされて固着状態となる。

実際の引上げに際しては直径180mm、高さ150mm、厚さ3mmの有底筒状のRh増幅にタンタル酸リチウム( $\text{LiTaO}_3$ )20kgを充填後高周波加熱によって溶融する。一方、第1図イ～ハに示すように、タンタル酸リチウム粉末を10wt%含有するアルミナセメント3によって高純度アルミナ層(外径8mm、内径5mm、長さ300mm)に固定したタンタル酸リチウムからなる種子結晶2によるチョークラスキー法によって100mmφ×100mm×高さ8.5kgの $\text{LiTaO}_3$ 単結晶を作成した。

直径220mm、高さ150mm、厚さ3.5mmに成形した有底筒状のPt-Rh増幅にタンタル酸リチウム30kg

をチャージ後前述と同様な方法で130mmφ×100mm×高さ13kgのタンタル酸リチウム単結晶を完成した。尚タンタル酸リチウム粉末を1.5wt%含有したアルミナセメントを使用した。

これらの例では何れも $\text{LiTaO}_3$ を示したが硼酸リチウム( $\text{Li}_2\text{BO}_3$ )単結晶も全く同様な方法で形成可能であることを付記する。

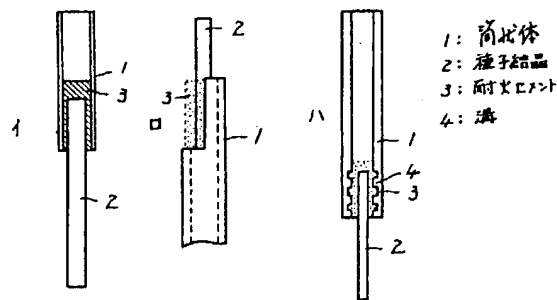
#### 〔発明の効果〕

以上説明したように、本発明に係る種子結晶の支持構体では、この結晶と同種の粉末をアルミナセメントに含有して、その使用限界を向上したもので、種子結晶との反応温度を低くして尚かつ強固な固着を達成して30kg程度の単結晶を引上げることが可能となった。

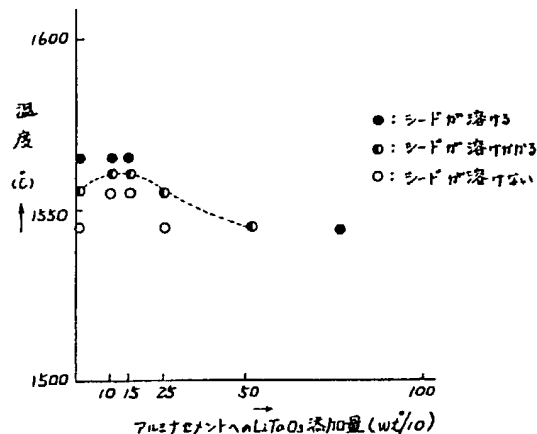
#### 4. 図面の簡単な説明

第1図イ～ハは本発明の支持構体を示す断面図、第2図は、その特性を示す曲線図である。

代理人 井理士 井上一男



第1図



第2図